SNI 06-2235-1991

Standar Nasional Indonesia

Lindi hitam, Cara uji massa jenis, Senyawa-senyawa organik dan anorganik

ICS 85.020

4.3.6.9. Lakukan pemanasan dan penimbangan kembali sampai berat tetap.

4.4. Perhitungan

Massa jenis, senyawa-senyawa organik dan senyawa-senyawa anorganik dalam lindi hitam dihitung sebagai berikut:

4.4.1. Massa Jenis

4.4.1.1. Penentuan massa jenis dengan ketelitian tinggi

$$M = \frac{r_1}{r_2}$$

di mana:

M adalah massa jenis lindi hitam

r_1 adalah rapat massa contoh uji pada 20 °C, dinyatakan dalam kg/m^3

r_2 adalah rapat massa air pada 20 °C, dinyatakan dalam kg/m^3

4.4.1.2. Penentuan massa jenis secara praktis

$$M = \frac{145}{145 - \text{Baume}}$$

di mana:

M adalah massa jenis lindi hitam

Baume adalah rapat massa contoh uji yang ditentukan dengan hidrometer Baume

4.4.2. Padatan total:

$$P = \frac{b}{a} \times 100$$

di mana:
P adalah padatan total dalam lindi hitam, dinyatakan dalam persen
a adalah berat contoh uji, dinyatakan dalam gram
b adalah berat residu padatan total, dinyatakan dalam gram

4.4.3. Abu Tersulfatasi, sebagai NaOH

$$Q = \frac{c \times 0,563}{b} \times 100$$

di mana:
Q adalah abu tersulfatasi dalam lindi hitam, dinyatakan dalam persen
c adalah berat residu abu sulfat, dinyatakan dalam gram
b adalah berat residu padatan total, dinyatakan dalam gram

4.4.4. Senyawa-senyawa Organik

$$R = 100 - Q$$

di mana:
R adalah senyawa-senyawa organik dalam lindi hitam, dinyatakan dalam persen
Q adalah abu tersulfatasi dalam lindi hitam, dinyatakan dalam persen

4.4.5. Natrium Sulfida

$$S = \frac{d}{e} \times 39$$

di mana:
S adalah berat natrium sulfida per satuan volume, dinyatakan dalam gram per liter
d adalah miliekivalen perak nitrat
e adalah volume contoh uji, dinyatakan dalam mililiter

4.4.6. Natrium Sulfit

$$T = 2\ (A - B) \times \frac{126}{10}$$

di mana:

T adalah berat natrium sulfit per satuan volume, dinyatakan dalam gram per liter

A adalah milimol merkuri klorida yang dipakai untuk titrasi natrium sulfit dan natrium tiosulfat

B adalah milimol merkuri klorida yang dipakai untuk titrasi natrium tiosulfat

4.4.7. Natrium Tiosulfat

$$U = (2\ B \times 158)/10$$

di mana:

U adalah berat natrium tiosulfat per satuan volume, dinyatakan dalam gram per liter

B adalah milimol merkuri klorida yang dipakai untuk titrasi natrium tiosulfat

4.4.8. Natrium Sulfat

$$V = \frac{f \times 1000}{233{,}4 \times 25} \times 142{,}1$$

di mana:

V adalah berat natrium sulfat per satuan volume, dinyatakan dalam gram per liter

f adalah berat barium sulfat, dinyatakan dalam gram

4.5. Laporan Hasil Uji

Laporkan nilai massa jenis, senyawa-senyawa organik, natrium sulfida, natrium sulfit, natrium tiosulfat dan natrium sulfat, masing-masing sebagai nilai rata-rata dari minimal dua kali pengujian.

P E N D A H U L U A N

Standar ini telah dibahas dalam Rapat-rapat Teknis, Prakonsensus dan terakhir dirumuskan pada Rapat Konsensus Nasional pada tanggal 24 April 1991 di Bandung.

Hadir dalam Rapat-rapat tersebut wakil-wakil dari Produsen, Konsumen, Lembaga Ilmu Pengetahuan dan Lembaga Peneliti serta Instansi yang terkait lainnya.

Sebagai acuan diambil dari :

- SII 1882 - 86
- TAPPI T 625 om - 85

CARA UJI MASSA JENIS, SENYAWA-SENYAWA ORGANIK DAN ANORGANIK DALAM LINDI HITAM

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi definisi dan batasan, cara pengambilan contoh serta cara uji massa jenis, senyawa-senyawa organik dan anorganik dalam lindi hitam encer proses soda dan proses sulfat.

2. DEFINISI DAN BATASAN

2.1. Definisi

2.1.1. Lindi hitam adalah cairan sisa pemasakan bahan baku pulp, berwarna gelap dan mengandung zat-zat padatan terlarut.

2.1.2. Lindi hitam encer adalah lindi hitam yang belum dipekatkan, berasal dari bejana pemasak dan filtrat pencucian.

2.1.3. Massa jenis adalah perbandingan antara rapat massa suatu bahan terhadap rapat massa bahan lain yang dipakai sebagai standar. Kedua rapat massa tersebut diperoleh dengan penimbangan di udara terbuka.

2.2. Batasan

2.2.1. Senyawa-senyawa organik dalam lindi hitam adalah senyawa-senyawa yang antara lain terdiri dari selulosa, hemiselulosa dan lignin.

2.2.2. Senyawa-senyawa anorganik dalam lindi hitam adalah senyawa-senyawa yang antara lain terdiri dari natrium hidroksida, natrium sulfida, natrium karbonat, natrium sulfat dan natrium tiosulfat.

3. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Contoh diambil sesuai dengan cara pengambilan contoh menurut SII.

1882-86, *Cara Uji Padatan Total, Alkali Total dan Alkali Aktif dalam Lindi Hitam.*

4. CARA UJI

4.1. Bahan

4.1.1. Air suling
4.1.2. Asam sulfat (H_2SO_4) pekat
4.1.3. Larutan natrium hidroksida (NaOH) 20%
4.1.4. Amonium hidroksida (NH_4OH) pekat dan 1:99
4.1.5. Larutan perak nitrat ($AgNO_3$) 0,05-0,1 N
4.1.6. Gliserin {$C_3H_5(OH)_3$}
4.1.7. Gas nitrogen (N_2)
4.1.8. Suspensi seng karbonat ($ZnCO_3$), yaitu campuran 150 ml natrium karbonat (Na_2CO_3) 1 M dengan 150 ml seng sulfat ($ZnSO_4$) 1 M
4.1.9. Air raksa (Hg)
4.1.10. Asam asetat (CH_3COOH) 2:5 (asam asetat : air = 2:5)
4.1.11. Merkuri klorida ($HgCl_2$) 0,05 M
4.1.12. Formaldehida (HCHO) 40%
4.1.13. Asam klorida (HCl) pekat
4.1.14. Larutan barium klorida ($BaCl_2$) 1,0 M
4.1.15. Indikator metil jingga

4.2. Peralatan

4.2.1. Neraca analitis dengan ketelitian 0,1 mg
4.2.2. Lemari pengering
4.2.3. Hidrometer Baume yang telah dikalibrasi atau piknometer
4.2.4. Cawan penguapan dari platina (100-150 ml)
4.2.5. Penangas air
4.2.6. Pengaduk magnet
4.2.7. Potensiometer
4.2.8. Buret 50 ml
4.2.9. Termometer 100 °C
4.2.10. Desikator
4.2.11. Elektroda yang terdiri dari:
4.2.11.1. Elektroda indikator perak-perak sulfida

4.2.11.2. Elektroda gelas sebagai pembanding untuk pH tinggi yang telah disimpan selama dua minggu dalam larutan NaOH 1,0 N

4.2.12. Gelas piala 250, 400, 800 dan 1000 ml

4.2.13. Labu seukuran 1000 ml

4.2.14. Pelat pemanas (hot plate)

4.2.15. Tanur

4.2.16. Cawan Gooch

4.3. PROSEDUR

4.3.1. Massa Jenis

4.3.1.1. Penentuan massa jenis dengan ketelitian tinggi

- Masukkan air dengan suhu 20 °C ke dalam piknometer yang telah diketahui beratnya, kemudian timbang. Lakukan kalibrasi piknometer dengan mengetahui rapat massa air pada suhu 20 °C.
- Masukkan contoh uji ke dalam piknometer yang telah dikalibrasi, kemudian tentukan rapat massa contoh uji pada suhu 20 °C.
- Hitung massa jenis contoh uji sebagai perbandingan antara rapat massa contoh uji dengan rapat massa air pada suhu 20 °C.

4.3.1.2. Penentuan massa jenis secara praktis

- Tentukan rapat massa contoh uji dengan hidrometer Baume pada suhu 15,6 °C (60 °F) dengan hidrometer Baume.
- Hitung massa jenis contoh uji.

4.3.2. Padatan Total

Tentukan padatan total menurut SII. 1882-86, *Cara Uji Padatan Total, Alkali Total dan Alkali Aktif dalam Lindi Hitam.*

4.3.3. Abu Tersulfatasi dan Senyawa-senyawa Organik

4.3.3.1. Panaskan residu hasil penentuan padatan total dalam tanur

sampai sebagian besar senyawa organiknya rusak. Pemanasan jangan berlebihan.

4.3.3.2. Dinginkan residu kemudian basahi dengan air. Tambahkan satu tetes metil jingga dan tambahkan asam sulfat pekat setetes demi setetes sampai warnanya berubah menjadi merah muda.

4.3.3.3. Uapkan residu pada penangas air sampai kering, kemudian abukan dalam tanur pada suhu 725±5 °C.

4.3.3.4. Dinginkan residu dalam desikator sampai suhu kamar, kemudian timbang.

4.3.3.5. Basahi residu dengan air dan tambahkan satu tetes metil jingga. Jika masih terdapat warna merah muda, ulangi langkah 4.3.3.3. sampai dengan 4.3.3.5.

4.3.3.6. Ulangi pemanasan dan penimbangan residu sampai diperoleh berat tetap. Residu yang dihasilkan merupakan abu tersulfatasi.

4.3.4. Natrium Sulfida (Na_2S)

4.3.4.1. Pipet contoh uji yang sedikit-dikitnya mengandung 0,2 gram natrium sulfida ke dalam gelas piala 800 ml. Masukkan 100 ml larutan natrium hidroksida 20%, 35 ml amonium hidroksida 1:99 dan tambahkan air sehingga volume totalnya 500 ml.

4.3.4.2. Lakukan titrasi secara potensiometri dengan elektroda perak-perak sulfida dan elektroda gelas sebagai pembanding untuk pH tinggi. Gunakan larutan perak nitrat yang konsentrasinya sesuai dengan konsentrasi relatif sulfida dalam contoh uji.

4.3.4.3. Tambahkan zat pentitrasi dengan volume tertentu dan catat gaya gerak listrik (ggl) pada setiap penambahan.

4.3.4.4. Di sekitar titik akhir titrasi akan terjadi perubahan ggl secara tiba-tiba, sampai 100 mV atau lebih. Lanjutkan titrasi sampai diperoleh dua titik berikutnya atau lebih.

4.3.4.5. Alurkan data yang diperoleh pada koordinat linier dengan miliekivalen perak nitrat sebagai absis dan ggl sebagai ordinat untuk menghasilkan kurva titrasi berbentuk "S".

4.3.4.6. Tentukan miliekivalen perak nitrat yang dipakai pada titik akhir dengan memproyeksikan titik belok dalam kurva ke absis.

4.3.5. Natrium Sulfit (Na_2SO_3) dan Natrium Tiosulfat ($Na_2S_2O_3$)

Pengendapan Sulfida

- Pipet 50 ml gliserin dan 100 ml contoh uji ke dalam labu seukuran 1000 ml yang telah terisi nitrogen. Tambahkan 300 ml suspensi seng karbonat yang masih segar kemudian kocok dan encerkan sampai tanda batas.
- Biarkan campuran mengendap kemudian saring cairan keruh dengan cara pengisapan melalui kertas saring yang telah diketahui beratnya
- Filtrat yang tertinggal segera diproses lebih lanjut sesuai dengan butir 4.3.5.1 dan 4.3.5.2.

4.3.5.1. Natrium Sulfit dan Natrium Tiosulfat

- Pipet 100 ml filtrat dari hasil pengendapan sulfida dan masukkan ke dalam gelas piala 250 ml yang telah berisi 20 ml air raksa. Tambahkan asam asetat 2:5 untuk mencapai pH antara 7,0-7,5.
- Lakukan titrasi secara potensiometri dengan elektroda kalomel jenuh yang tercelup dalam cairan dan kawat platina atau elektroda yang tercelup dalam air raksa. Gunakan larutan merkuri klorida 0,05 M sebagai zat pentitrasi.
- Tambahkan zat pentitrasi dengan volume tertentu dan catat ggl setelah setiap penambahan.
- Di sekitar titik akhir titrasi akan terjadi perubahan ggl secara tiba-tiba. Lanjutkan titrasi sampai diperoleh dua titik berikutnya atau lebih.
- Alurkan data yang diperoleh pada koordinat linier dengan milimol merkuri klorida sebagai absis dan ggl sebagai ordinat.
- Tentukan milimol merkuri klorida yang dipakai pada titik akhir dengan memproyeksikan titik belok pada kurva titrasi ke absis. Proyeksi titik potong ke absis menyatakan milimol merkuri klorida yang dipakai (= A).

4.3.5.2. Natrium Tiosulfat

- Lakukan pengerjaan seperti pada butir 4.3.5.2., tetapi setelah nilai pH tercapai tambahkan 5 ml formaldehida 40%. Aduk dan tunggu selama 5 menit sebelum pelaksanaan titrasi.
- Milimol merkuri klorida yang dipakai = B.

Catatan:
Air raksa tidak perlu diperbaharui untuk setiap titrasi. Setiap selesai titrasi, pisahkan air raksa dalam gelas piala. Air raksa dibersihkan beberapa kali dengan air suling. Sebelum memulai titrasi, buang cairan yang ada dengan menggunakan pipet.

4.3.6. Natrium Sulfat

4.3.6.1. Pipet 25 ml contoh uji dan masukkan ke dalam gelas piala yang berisi 100 ml air dan 5 ml HCl pekat untuk menetralkan contoh uji. Aduk campuran kemudian panaskan sampai suhu kira-kira 95 °C pada pelat pemanas, sambil sekali-sekali diaduk.

4.3.6.2. Dinginkan sampai suhu 30 °C , saring dan tampung filtrat ke dalam gelas piala 400 ml.

4.3.6.3. Cuci padatan pada saringan dengan air panas sampai dua per tiga gelas piala terisi.

4.3.6.4. Tambahkan setetes metil jingga ke dalam filtrat, netralkan dengan amonium hidroksida pekat kemudian tambahkan 1 ml asam klorida pekat.

4.3.6.5. Panaskan sampai mendidih dan sambil diaduk tambahkan 15 ml barium klorida panas dengan cepat.

4.3.6.6. Lanjutkan pengadukan selama satu atau dua menit. Biarkan dan dinginkan campuran selama kurang lebih satu jam, kemudian saring dengan pengisap melalui cawan Gooch.

4.3.6.7. Cuci endapan dan dinding cawan bagian dalam dengan 250 ml air panas. Keringkan cawan beserta endapan dalam lemari pengering pada suhu 105±3 °C kemudian taruh dalam tanur pada suhu 800 °C selama setengah jam.

4.3.6.8. Dinginkan cawan dalam desikator sampai suhu kamar dan timbang.

4.3.6.9. Lakukan pemanasan dan penimbangan kembali sampai berat tetap.

4.4. Perhitungan

Massa jenis, senyawa-senyawa organik dan senyawa-senyawa anorganik dalam lindi hitam dihitung sebagai berikut:

4.4.1. Massa Jenis

4.4.1.1. Penentuan massa jenis dengan ketelitian tinggi

$$M = \frac{r_1}{r_2}$$

di mana:
M adalah massa jenis lindi hitam
r_1 adalah rapat massa contoh uji pada 20 °C, dinyatakan dalam kg/m^3
r_2 adalah rapat massa air pada 20 °C, dinyatakan dalam kg/m^3

4.4.1.2. Penentuan massa jenis secara praktis

$$M = \frac{145}{145 - Baume}$$

di mana:
M adalah massa jenis lindi hitam
Baume adalah rapat massa contoh uji yang ditentukan dengan hidrometer Baume

4.4.2. Padatan total:

$$P = \frac{b}{a} \times 100$$